

Composite powder used in the production of materials for high temperature applications and/or light building materials consists of agglomerates comprising regions with a ductile material and regions with a further material

Publication number: DE10126377

Publication date: 2002-10-24

Inventor: SCHOLL ROLAND (DE); BOEHM ALEXANDER (DE)

Applicant: FRAUNHOFER GES FORSCHUNG (DE)

Classification:

- **International:** B22F1/00; B22F9/04; C22C1/10; B22F1/00; B22F9/02; C22C1/10; (IPC1-7): B22F9/04

- **European:** B22F1/00B4; B22F9/04; C22C1/10F

Application number: DE20011026377 20010530

Priority number(s): DE20011026377 20010530; DE20011017039 20010405

Report a data error here

Abstract of DE10126377

Composite powder consists of agglomerates comprising regions with a ductile material and regions with a further material. The agglomerates have a particle size of 0.1-200 μm and the average shortest distance between points of the regions is twenty times smaller than the size of the agglomerate particles. Independent claims are also included for: a device for the production of a metal powder or a composite powder comprising a mill with grinding bodies; and a process for the production of composite powders. Preferred Features: The agglomerates have a particle size of less than 10 μm . The regions are lamella-like.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 101 26 377 A 1**

⑤① Int. Cl.⁷:
B 22 F 9/04

②① Aktenzeichen: 101 26 377.5
②② Anmeldetag: 30. 5. 2001
④③ Offenlegungstag: 24. 10. 2002

DE 101 26 377 A 1

⑥⑥ Innere Priorität:
101 17 039. 4 05. 04. 2001

⑦① Anmelder:
Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der
angewandten Forschung e.V., 80636 München, DE

⑦② Erfinder:
Scholl, Roland, Dipl. Phys., 01157 Dresden, DE;
Böhm, Alexander, 01157 Dresden, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Verbundpulver sowie Verfahren und Vorrichtung zu seiner Herstellung

⑤⑦ Die Erfindung betrifft hochwertige Verbundpulver, die mindestens ein duktilen Material enthalten. Diese Verbundpulver werden mittels eines Hochenergiemahlprozesses erhalten, bei dem während des Mahlprozesses die mechanische Behandlung mittels Hertzscher Pressung erfolgt. Zur Durchführung dieses Verfahrens wird eine Mühle mit einer Innenauskleidung, die zumindest teilweise aus konvex gekrümmten Bereichen besteht, verwendet. Die erfindungsgemäßen Verbundpulver sind insbesondere geeignet zur Herstellung von Werkstoffen für Hochtemperaturanwendungen und/oder von Leichtbauwerkstoffen.

DE 101 26 377 A 1

Beschreibung

Technisches Gebiet

- 5 **[0001]** Die Erfindung betrifft ein Verbundpulver, daraus herstellbare Werkstoffe und ein Herstellungsverfahren hierfür. Die Erfindung betrifft ferner ein Verfahren zur Herstellung solcher Verbundpulver durch einen Hochenergiemahlprozess und eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens. Die erfindungsgemäßen Verbundpulver sind insbesondere geeignet zur Herstellung von Werkstoffen für Hochtemperaturanwendungen und/oder von Leichtbauwerkstoffen.

10 Stand der Technik

- [0002]** Für zahlreiche schwer sinterbare Werkstoffe ist es nötig, zu deren Herstellung Verbundpulver mit einer möglichst hohen Sinteraktivität einzusetzen. Verbundpulver mit einer derartigen Eigenschaft müssen möglichst homogen und fein sein und können durch eine intensive Vorbehandlung des dafür verwendeten Ausgangsmaterials erhalten werden.
- 15 **[0003]** Die hohe Sinteraktivität ermöglicht in der Regel das drucklose Sintern von Grünkörpern bis zu sehr hohen Dichten wobei abgeschlossene Porosität erreicht wird.
- [0004]** Zur Herstellung homogener Verbundpulver existieren nach dem Stand der Technik unterschiedliche Verfahren.
- [0004]** W. Schatt: "Pulvermetallurgie, Sinter- und Verbundwerkstoffe", Dt. Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1988 beschreibt das Anlegieren von Pulvern durch Diffusionsvorgänge sowie die Beschichtung von Pulvern auf chemische, physikalische oder mechanische Weise oder durch Elektrolyse.
- 20 **[0005]** All diesen Verfahren ist gemeinsam, dass die erhaltenen Verbundpulver bzw. die entstandenen Agglomerate eine große Größe aufweisen und in den Agglomeraten eine ungleichmäßige Verteilung der Materialkomponenten bzw. der durch die Materialkomponenten gebildeten Raumbereiche vorliegt. Die Homogenität der Mischung ist daher schlecht. Dies bewirkt eine niedrige Sinteraktivität. Zusätzlich fallen bei den genannten Verfahren insbesondere aufgrund des hohen Energieaufwandes sehr hohe Kosten an.
- 25 **[0006]** Die DE 44 18 598 A1 offenbart ein Verfahren, bei dem durch eine intensive Mahlbehandlung mittels eines Hochenergiemahlprozesses hochdisperse Pulvermischungen erzeugt werden.
- [0007]** Dieses Verfahren ist jedoch bei Verwendung eines Ausgangsmaterials, das mindestens eine duktile Komponente oder Komponenten mit stark unterschiedlicher Duktilität enthält, nur bedingt anwendbar. Während des Mahlprozesses tritt das Problem auf, dass ein Auftragen und permanentes Anhaften duktiler Komponenten auf den Funktionselementen der Mahlaggregate wie Mahlkugeln und Mahlbehälterwandung, und hier insbesondere am Boden des Mahlbehälters, stattfindet. Dies führt zu einer deutlich verringerten Ausbringung an Mahlprodukt und zu einer Veränderung der Gesamtzusammensetzung in Folge von Entmischungserscheinungen. Da nicht das gesamte Material in gleicher Weise am Mahlprozess teilnimmt, sondern bis zur partiellen Ablösung in Verdichtungsbereichen eine andere Mahlhistorie erlebt als das dauernd an Mahl- und Umformvorgängen teilnehmende, zwischen den Mahlkugeln befindliche Material, erhält man Mahlgut mit einer schlechten Homogenität.
- 35 **[0008]** Im Bestreben, eine bessere Homogenität zu erzielen, können beim Mahlprozess dem Mahlgut Mahlhilfsmittel zugesetzt werden. Dies führt jedoch stets zu einer unerwünschten Verunreinigung des Mahlgutes.

40 Darstellung der Erfindung

- [0009]** Der Erfindung liegt das technische Problem zugrunde, die Nachteile nach dem Stand der Technik zu überwinden und ein Verbundpulver mit einer möglichst hohen Sinteraktivität bereitzustellen und ein Verfahren und eine Vorrichtung anzugeben, mit dem solche Verbundpulver hergestellt werden können.
- 45 **[0010]** Dieses technische Problem wird durch das im Anspruch 1 angegebene Verbundpulver sowie die durch die Ansprüche 4 und 18 angegebenen Verfahren, die in Anspruch 10 angegebene Vorrichtung und das in Anspruch 21 angegebene Bauteil gelöst. Die Unteransprüche geben vorteilhafte Weiterbildungen an. Eine vorteilhafte Verwendung des Verbundpulvers lehren die Ansprüche 16 und 17.
- [0011]** Das erfindungsgemäße Verbundpulver besteht aus Agglomeraten, die Raumbereiche mit einem duktilen Material und Raumbereiche mit einem weiteren Material umfassen. Die Größe der Agglomerate beträgt 0,1–200 µm und der gemittelte kürzeste Abstand zwischen Punkten ein und desselben Raumbereichs und dessen Raumbereichsgrenze ist mindestens um den Faktor 20 kleiner als die Größe des Agglomerats.
- 50 **[0012]** Als duktile Komponente im Sinne dieser Erfindung ist eine Komponente mit einer hohen Verformbarkeit unter Druckbelastung zu verstehen. Hierunter fallen insbesondere Komponenten, die eine Duktilität ähnlich oder höher wie Al, Sn, Pb, Cu, Ag oder Au aufweisen, oder Komponenten, die eine Schmierneigung ähnlich oder höher wie Graphit, Bor oder Schwefel besitzen.
- 55 **[0013]** Als Größe des Agglomerats im Sinne dieser Erfindung ist der mittlere Durchmesser des Agglomerats zu verstehen.
- [0014]** Die Größen und die die Raumbereiche betreffenden Abstände können mittels eines metallographischen Verfahrens und insbesondere mit quantitativer Gefügeanalyse bestimmt werden. Zusätzlich ist mittels kalorimetrischer Messungen ein Rückschluss auf Größe und Verteilung der Raumbereiche in den Agglomeraten möglich.
- 60 **[0015]** Die Agglomerate unterscheiden sich in der chemischen Zusammensetzung nur unwesentlich und weisen aufgrund der verglichen mit der Größe der Agglomerate wesentlich kleineren Raumbereiche eine hohe innere Energie auf (aufgrund von Gitterdefekten, Versetzungsichten, Oberflächenenergie an den Grenzen der Raumbereiche, chemischen Potentialen). Zusätzlich bewirkt die im Vergleich zu den Raumbereichen wesentlich größere Größe des Agglomerats, dass keine verstärkte Reaktion mit Sauerstoff erfolgt. Das so erhaltene Verbundpulver kann daher an der Luft weiterverarbeitet werden. Das erfindungsgemäße Verbundpulver weist aufgrund der hohen inneren Energie eine hohe Sinteraktivität auf, d. h. bei Verwendung der Verbundpulver in einem Sinterprozess können einerseits niedrigere Sintertemperaturen

ren als in den vorbekannten Verfahren angewandt werden andererseits findet eine schnellere Verdichtung des zu sintern-
den Materials statt.

[0016] Eine hohe Sinteraktivität der erfindungsgemäßen Verbundpulver wird weiterhin gewährleistet, wenn mindestens 90% der Agglomerate eine Größe von 0,1–10 µm aufweisen. Diese Abnahme der Streuung der Größe erlaubt außerdem eine bessere Handhabbarkeit der Pulver.

[0017] Eine besonders hohe Sinteraktivität der Verbundpulver wird dadurch erreicht, dass die Größe der Agglomerate 0,5–50 µm und besonders bevorzugt kleiner als 10 µm ist und der gemittelte kürzeste Abstand zwischen Punkten ein und desselben Raumbereichs und dessen Raumbereichsgrenze 0,0025–0,15 µm und besonders bevorzugt kleiner als 0,1 µm ist.

[0018] In einer bevorzugten Ausführungsform des Verbundpulvers sind die Raumbereiche in den Agglomeraten lamellenförmig ausgebildet. Dadurch tritt eine weitere Erhöhung der inneren Energie und der Sinteraktivität des erfindungsgemäßen Verbundpulvers ein. In den Agglomeraten liegen dann für Rekristallisations- und Phasenbildungsvorgänge besonders kurze Diffusionswege vor. Dies bewirkt, dass die Porenbildung im Sintermaterial unterbunden wird.

[0019] Das technische Problem wird weiterhin durch ein Verfahren zur Herstellung von Verbundpulvern, insbesondere der erfindungsgemäßen Verbundpulver, gelöst, bei dem das Ausgangsmaterial einem Hochenergiemahlprozess unterworfen wird, wobei während des Mahlprozesses die mechanische Behandlung des Mahlguts mittels Hertzscher Pressung erfolgt.

[0020] Die Hertzsche Pressung kann dadurch realisiert werden, dass während des Mahlvorgangs linienförmige und/oder insbesondere punktförmige Kontakte der Mahlaggregate erfolgen. Dies hat zur Folge, dass auf den Mahlaggregaten und der Mahlbehälterwandung deutlich weniger Mahlgut als bei den vorbekannten Verfahren aufgetragen wird und insbesondere keine Komponenten mit hoher Duktilität dauerhaft an den Mahlaggregaten und der Mahlbehälterwandung kleben und führt zu einer hohen Ausbringung an Mahlprodukt. Das Verfahren ist daher insbesondere für die Mahlung und Herstellung von Verbundpulvern geeignet, die große Volumina duktiler Komponenten enthalten. Unabhängig von der Duktilität des Ausgangsmaterials oder seiner Komponenten ist eine intensive Mahlung des Ausgangsmaterials bzw. seiner Komponenten miteinander möglich. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Verbundpulver weisen eine besonders hohe Homogenität auf.

[0021] Bevorzugt wird das erfindungsgemäße Verfahren so durchgeführt, dass die mechanische Behandlung des Mahlguts ausschließlich mittels Hertzscher Pressung erfolgt und besonders bevorzugt nur punktförmige Kontakte der Mahlaggregate stattfinden. Die Ausbringung an Mahlprodukt und die Homogenität von Verbundpulvern werden hierdurch weiter verbessert.

[0022] Im erfindungsgemäßen Verfahren wird das Ausgangsmaterial mehrere Stunden in einer Hochenergiemühle gemahlen, wobei es durchmischt und zerkleinert wird. Als Folge des Mahlprozesses, der vor Bildung einer intermetallischen Phase abgebrochen wird, erhält man Agglomerate die eine homogene Verteilung der Ausgangskomponenten aufweisen; die Raumbereiche dieser Ausgangskomponenten sind üblicherweise lamellenförmig ausgebildet.

[0023] Das erfindungsgemäße Verfahren ist besonders geeignet zur Herstellung von Verbundpulvern aus einem Ausgangsmaterial, das mindestens ein duktiles Metall und/oder eine duktile Legierung und/oder eine harte keramische Phase umfasst. Da die Klebneigung duktiler Komponenten besonders hoch ist, wird mit dem erfindungsgemäßen Verfahren verglichen mit den vorbekannten Verfahren eine höhere Ausbringung an Mahlprodukt mit einer wesentlich höheren Homogenität erhalten.

[0024] Bevorzugt ist ein Ausgangsmaterial, das aus mindestens zwei Komponenten besteht, die ausgewählt werden aus der Gruppe metallischer Elemente bestehend aus Al, Si, Sn, Pb, Cu, Ag, Au, Ti, Zr, V, Mn, Fe, Ni, Mo und Be, und/oder aus Legierungen dieser Elemente, und/oder der Gruppe nichtmetallischer Elemente bestehend aus Kohlenstoff, Bor und Schwefel. Die Elemente Al, Sn, Pb, Cu, Ag, Au, C, B oder S, sowie Legierungen, die diese Elemente als Hauptbestandteil enthalten weisen eine besonders hohe Schmierneigung bzw. Klebneigung auf und bereiten bei Verwendung der vorbekannten Verfahren besonders dann die im Stand der Technik erwähnten Probleme, wenn Verbundpulver mit den Elementen Si, Ti, Zr, Co, V, Mn, Fe, Ni, Mo und/oder Be und/oder deren Legierungen hergestellt werden sollen. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren treten diese Probleme nicht auf. Aus dem eben genannten Grund ist es besonders schwierig, mit den nach dem Stand der Technik bekannten Verfahren Verbundpulver aus Aluminium und/oder Legierungen, die dieses Element als Hauptbestandteil enthalten, sowie Fe, Ti und Ni und/oder deren Legierungen herzustellen. Das erfindungsgemäße Verfahren ist demnach besonders geeignet zur Herstellung von Verbundpulver aus den zuletzt genannten Komponenten.

[0025] Beim erfindungsgemäßen Verfahren kann dem Ausgangsmaterial eine oder mehrere vorgebildete Verstärkungskomponenten zugesetzt werden. Hierzu zählen insbesondere Metalloxide, Metallcarbide, Metallboride und Metallnitride. Vorgebildete Verstärkungskomponenten können kann das Sinterverhalten des mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Verbundpulvers beeinflussen. So kann etwa ein Kornwachstum bei Wärmebehandlungen des Verbundpulvers vermieden werden. Außerdem können mit den genannten Verstärkungskomponenten auf einfachem Weg gewollte Einlagerungen in das Verbundpulver eingebracht werden.

[0026] Weiterhin können während der Mahlbehandlung funktionsbedingte Wirkelemente als Additive, fein verteilt in das Mahlgut eingebracht werden. Beispielsweise kann durch die Zugabe von Octan die Bildung von Carbiden erreicht werden. Auch diese Additive können somit auf indirektem Weg zu einer Beeinflussung des Sinterverhaltens des hergestellten Pulvers verwendet werden.

[0027] Beim erfindungsgemäßen Verfahren kann dem Ausgangsmaterial ein Mahlhilfsmittel zugesetzt werden. Hierdurch ist es möglich, gezielt Veränderungen der Zusammensetzung des Mahlgutes zu erreichen. So kann beispielsweise bei entsprechender Wahl des Mahlhilfsmittels wie z. B. Octan, eines Alkohols oder Wasser eine teilweise Umsetzung des Mahlguts zu Karbiden, Nitriden, Oxiden und Boriden erreicht werden. Die Verwendung von Mahlhilfsmitteln führt zu einer weiteren Erhöhung der Homogenität der mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Verbundpulver.

[0028] Die Durchführung des oben beschriebenen erfindungsgemäßen Verfahrens wird mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Herstellung eines Metallpulvers oder eines Verbundpulvers, insbesondere eines Verbundpulvers nach ei-

nem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, realisiert, die in einer Mühle mit frei beweglichen Mahlkörpern besteht, wobei die Behälterwand (1) des Mahlbehälters der Mühle eine Innenauskleidung aufweist, die zumindest teilweise aus konvex gekrümmten Bereichen besteht.

[0029] Diese konvex gekrümmten Bereiche gewährleisten, dass zumindest teilweise linien- und punktförmige Kontakte beim Aneinanderschlagen der Mahlaggregate (d. h. der frei beweglichen Mahlkörper und der Innenauskleidung) untereinander sowie mit dem Mahlbehälter möglich sind und dass somit das Mahlgut während des Mahlprozesses zumindest teilweise Beanspruchungen ausgesetzt ist, die dem Vorgang der Hertzschen Pressung genügen. Bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung wird auf den Mahlaggregaten aufgrund der Innenauskleidung des Mahlbehälters Mahlgut und insbesondere duktile Materialien nicht dauerhaft aufgetragen. Damit werden Inhomogenitäten im Mahlprodukt und Änderungen von dessen Zusammensetzung vermieden. Die erfindungsgemäße Vorrichtung wird vorteilhafterweise für Hochenergiemahlprozesse eingesetzt. Sie ist besonders geeignet zum Mahlen von duktilen Ausgangsmaterialien oder von Ausgangsmaterialien mit stark unterschiedlicher Duktilität und kann insbesondere zum Mahlen von reinen Elementen oder Legierungen sowie für die Herstellung von Verbundpulvern eingesetzt werden.

[0030] Die Innenauskleidung des Mahlbehälters besteht bevorzugt aus mehreren Körpern, die beweglich angeordnet sind. Dies hat den Vorteil, dass Bewegungen dieser Körper wie etwa eine Drehung um eine Aufhängungsachse einen Selbstreinigungseffekt zur Folge haben. Die Auskleidung der Mahlbehälterwandung ist bevorzugt flächendeckend, d. h. so angeordnet, dass keine Berührungen der frei beweglichen Mahlkörper mit der Mahlbehälterwandung, und hier insbesondere mit dem Boden möglich sind. Das Auftragen von Mahlgut auf der Mahlbehälterwandung ist damit ausgeschlossen.

[0031] In einer bevorzugten Ausführungsform sind die beweglichen Körper der Innenauskleidung rotationssymmetrisch und entweder mittels einer Lochmaske an der Mahlbehälterwandung fixiert oder auf einer vorzugsweise spiralförmigen Vorrichtung aufgefädelt. Letztere kann auch an der Mahlbehälterwandung fixiert sein. Diese Ausführungsformen gewährleisten, dass eine Konstruktion der erfindungsgemäßen Vorrichtung auf Basis der nach dem Stand der Technik verwendeten Mühlen möglich ist und daher kostengünstig ist. Es ist von Vorteil als rotationssymmetrische Innenauskleidungskörper Kugeln einzusetzen. Diese Variante ist besonders kostengünstig, da hierfür kommerziell erwerbbare Mahlkugeln verwendet bzw. werden können. Diese Variante ist besonders geeignet, eine Vorrichtung bereitzustellen, die ausschließlich linien- und punktförmige Kontakte beim Aneinanderschlagen der Mahlaggregate untereinander sowie mit dem Mahlbehälter zulässt. Die mechanische Behandlung des Mahlguts kann damit ausschließlich mittels Hertzscher Pressung erfolgen.

[0032] Das bevorzugte Radienverhältnis von Mahlkörpern zu Innenauskleidungskörpern beträgt bei kugelförmigen Mahl- und Innenauskleidungskörpern etwa 0,9 bis 1,2. Besonders bevorzugt ist im Fall eines Auffädels der Auskleidungskörper ein Größenverhältnis von 1. Dadurch ist der kostengünstige Einsatz von Mahlkörpern für die Herstellung von Innenauskleidungskörpern möglich. Im Fall einer Fixierung der Innenauskleidungskörper mittels eines Lochblecheinsatzes ist das Größenverhältnis von Mahlkörpern zu Innenauskleidungskörpern bevorzugt größer als 1. Dies gestattet eine problemlose Fixierung des Lochblecheinsatzes im Mahlbehälter; Kontakte zwischen dem Lochblecheinsatz und den freien Mahlkörpern während des Mahlvorgangs sind nicht möglich.

[0033] Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Herstellung von Verbundpulvern kann so ausgeführt werden, dass die Innenauskleidung aus dem Mahlbehälter entnommen werden kann. Die Mahlaggregate, die die freien Mahlkörper und die Innenauskleidung des Mahlbehälters umfassen, können somit gewechselt werden und die Mühle damit den gewünschten Bedingungen, beispielsweise dem Mahlgut, angepasst werden. Verunreinigungen durch abrasive Prozesse an den üblicherweise verwendeten Stahlaggregaten werden so vermieden und die teure Anschaffung von mehreren Mühlen mit Mahlgarnituren aus unterschiedlichen Werkstoffen wird unnötig. Diese Variante ist nicht nur für die Herstellung von Verbundpulvern sondern für Hochenergiemahlprozesse im Allgemeinen anwendbar. Die frei beweglichen Mahlkörper und die Innenauskleidungskörper des Mahlbehälters können auch gezielt aus einem Material gewählt werden, das einen gewollten Abrieb liefert. Die Mahlaggregate können beispielsweise aus Aluminiumoxid bestehen. Durch den Abrieb und/oder die Verstärkungskomponenten und/oder funktionsbedingte Wirkelemente kann das Sinterverhalten des hergestellten Verbundpulvers beeinflusst werden. So kann etwa ein Kornwachstum während Wärmebehandlungen vermieden werden kann. Außerdem können damit auf einfachem Weg gewollten Einlagerungen in das Verbundpulver eingebracht werden.

[0034] Als frei bewegliche Mahlkörper eignen sich insbesondere Kugeln und/oder runde Mahlstäbe. Letztere sind besonders vorteilhaft beim Einsatz einer Stab-Schwingmühle. Diese erlaubt eine besonders kostengünstige und kontinuierliche Herstellung von Verbundpulvern im Sinne dieser Erfindung sowie von Verbundpulvern im Allgemeinen.

[0035] Die im erfindungsgemäßen Verbundpulver werden vorzugsweise zur Herstellung von Bauteilen und Werkstoffen in einem Sinterprozess verwendet. Insbesondere eignen sie sich für einen Sinterprozess, der in inerte Atmosphäre bei Temperaturen unterhalb der Schmelztemperatur der Hauptphase und drucklos vorgenommen wird. Dadurch dass bei der Herstellung der Verbundpulver keine Legierungsbildung erfolgt, ist der erforderliche Energieaufwand geringer als bei herkömmlichen Verfahren. Die geometrische Form der Raumbereiche in den Agglomeraten, insbesondere bei Agglomeraten mit den üblicherweise vorliegenden lamellenförmigen Raumbereichen, ermöglicht in einem Sinterprozess kurze Diffusionswege bei Rekristallisations- und Phasenbildungsvorgängen. Dadurch kann die Porenbildung unterbunden werden.

[0036] Die erfindungsgemäßen Verbundpulver können weiterhin zur Herstellung von Schichten oder Bauteilen mittels thermischen Spritzens verwendet werden. Durch die hohe Sinteraktivität lassen sich mit den erfindungsgemäßen Verbundpulvern dichtere Schichten als mit den vorbekannten Verbundpulvern herstellen.

[0037] Die erfindungsgemäßen Verbundpulver können ganz allgemein überall dort eingesetzt werden, wo Legierungspulver zum Einsatz kommen. Hierzu zählt beispielsweise auch das MIM (metal injection moulding).

[0038] Das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung von Bauteilen oder Werkstoffen aus dem erfindungsgemäßen Verbundpulver wird mittels eines Sinterprozesses durchgeführt, wobei die Temperatur des Sinterprozesses um mehr als 10% niedriger als die Schmelztemperatur des hergestellten Bauteils oder Werkstoffs ist. Als Sintertemperatur wird hier-

bei der Temperatur verstanden, bei der die primäre Phasenbildung erfolgt.

[0039] Die Temperatur des Sinterprozesses beträgt bevorzugt 70–80% der Schmelztemperatur des hergestellten Bauteils oder Werkstoffs. Insbesondere bei aluminiumhaltigen Verbundpulvern findet die primäre Phasenbildung in diesem Temperaturintervall statt. Aufgrund der hohen Sinteraktivität erfolgen die mit dem thermischen Prozess verbundenen Rekristallisationsvorgänge der metallischen Komponente und vor allem der Prozess der Primärphasenbildung weit unterhalb der Schmelztemperatur. Daher ist eine Absenkung der Sintertemperatur möglich. Dies hat den technischen Vorteil, dass Schwelleffekte von Einzelkomponenten unterbunden werden können. Die Homogenität der Gefüge der hergestellten Werkstoffe wird dadurch verbessert und ihre Festigkeit erhöht. Das erfindungsgemäße Verfahren ist geeignet zur Herstellung von Werkstoffen mit völlig neuen Materialeigenschaften insbesondere für Hochtemperaturanwendungen und/oder für Leichtbauwerkstoffe.

[0040] Die Gefüge des im erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Werkstoffs oder Bauteils sind feinkristallin mit einer Größe von 0,5–250 µm. Das erfindungsgemäße Verfahren erlaubt es feinkristalline Gefüge kostengünstig herzustellen, da hierzu auf mehrfaches Umschmieden mit anschließender Rekristallisation verzichtet werden kann. Bei dem Verfahren zur Herstellung der Werkstoffe oder Bauteile kann nach dem Sintern eine Wärmebehandlung durchgeführt werden. Dies hat zur Folge, dass die erhaltenen Gefüge durch diese thermische Nachbehandlung in einen für entsprechende Anwendungen geeigneteren gröberen Gefügezustand gebracht werden.

[0041] Die mit dem erfindungsgemäßen Sinterverfahren hergestellten Werkstoffe und Bauteile weisen sehr hohen Dichten und eine geschlossene Porosität auf, da sie durch druckloses Sintern bei relativ niedrigen Temperaturen hergestellt werden. Dies ist möglich aufgrund der hohen Dispersität, der geringen Abstände zwischen den Phasenbildungspartnern, der chemischen Potentiale der Elemente, der vorhandenen oder sich einstellenden Konzentrationsgradienten sowie der über Rekristallisation und Phasenbildung erzeugten hohen Leerstellendichte, die zu sinteraktiven Zuständen mit erhöhter geometrischer und struktureller Aktivität führt. Durch die Verwendung des erfindungsgemäßen Verbundpulvers sind die in einem drucklosen Sinterprozess daraus hergestellten Werkstoffe oder Bauteile sehr feinkörnig und besitzen verbesserte mechanische und/oder elektrische Eigenschaften im relevanten Temperaturbereich von Raumtemperatur bis zu höchsten Anwendungstemperaturen. Diese Eigenschaften können weiter verbessert werden durch den Einsatz von Dispersionsverfestigung und/oder den Eintrag von geeigneten Verstärkungskomponenten.

Bester Weg zur Realisierung des Verfahrens und der Vorrichtung

Beispiel 1

[0042] Eine Mischung aus Ni und Al-Pulver mit je 50 At.% und einer Teilchengröße von jeweils 150–200 µm wird in Portionen von jeweils 20 g in den Mahlbehälter einer Planetenkugelmühle, z. B. einer Fritsch-Planetenkugelmühle P5 gegeben. Die Befüllung erfolgt unter Argon-Schutzgas. Die Mahlbehälter haben ein Fassungsvermögen von 500 mL und sind im Fall 1 (Referenzfall) als Standard-Stahlgarnituren mit 50 Stahlkugeln Durchmesser D = 10 mm ausgeführt. Im Fall 2 besteht die Innenauskleidung des Mahlbehälters aus Stahl-Kugeln D = 10 mm in Spiralanordnung nach Beispiel 2, die Anzahl der zugegebenen freien Stahlkugeln beträgt 30 (D = 10 mm).

[0043] Das Mahlgut wird ohne Zugabe von Mahlhilfsmitteln für 1, 2, 3 und 4 h mit 300 min⁻¹ gemahlen wobei ein Zyklus von 0,5 h Mahlung und 0,5 h Pause eingehalten wird. Die Auswaage ist in der folgenden Tabelle dargestellt.

Mahldauer (in h)	Auswaage in g (Fall 1 / Referenzfall)	Auswaage in g (Fall 2)
1	11	19
2	8	18
3	5	18
4	5	19

[0044] Die Tabelle zeigt deutlich, daß der Austrag im Fall 2 deutlich höher ist und annähernd der Einwaage entspricht. Im ersten Fall erfolgt hingegen ein erheblicher Auftrag des Mahlgutes auf das Mahlaggregat. Messungen mittels Röntgendiffraktometrie belegen, daß im ersten Fall insbesondere Al aufgetragen wurde während die Zusammensetzung in Fall 2 der des Ausgangspulvers entspricht.

[0045] Die aus Fall 2 erhaltenen Pulver werden durch Matrizenpressen verdichtet und weisen eine Preßdichte von > 75% auf. Die Proben können durch Drehen oder ähnliche spanabhebende Prozesse sehr gut bearbeitet werden. Die Preßlinge erreichen in einem nachfolgenden Reaktionssinterprozeß bei 1300°C, 1 h, Argon abgeschlossene Porosität; der Prozess der primären Phasenbildung findet unterhalb von 530°C statt.

Beispiel 2

[0046] In Fig. 1 ist der Aufbau eines Mahlbehälters mit Kugelspirale dargestellt. Die vollständige Innenauskleidung der Behälterwand (1) ist durch eine Auffädung mittig gehobter gleichgroßer Kugeln (2) auf einem spiralförmig ausgeführten Draht (3) realisiert. Auch die Behälterwand am Boden des Mahlbehälters weist vollständig eine derartige Innenauskleidung auf. Die Ganghöhe h des spiralförmigen Drahtes wird so gewählt, dass sie kleiner als der doppelte Kugeldurchmesser der frei beweglichen Mahlkugeln ist. Vorzugsweise sind die frei beweglichen Mahlkugeln und die auf

dem spiralförmig ausgeführten Draht (3) aufgefädelten Kugeln (2) gleich groß. Die Kugelspirale ist in dieser Ausführungsform wechselbar. Die darauf aufgefädelten Kugeln können ebenso wie die frei beweglichen Mahlkörper hinsichtlich des Materials an das Mahlgut angepasst werden und während des Mahlprozesses gegebenenfalls einen gewollten feinverteilten Abrieb liefern.

5

Beispiel 3

[0047] In Fig. 2A ist der Aufbau eines Mahlbehälters mit Kugelkäfig dargestellt. Die Innenauskleidung der Behälterwand (1) ist durch einen Lochblecheinsatz (4) und Kugeln (2) realisiert. Die Kugeln (2) sind zwischen Behälterwand (1) und Lochblecheinsatz (4) angeordnet; der Lochblecheinsatz (4) gewährleistet freie Drehbewegungen der Kugeln. Fig. 2B zeigt einen Schnitt durch die Behälterwand (1) sowie die aus Kugeln (2) und Lochblecheinsatz (4) bestehende Innenauskleidung des Mahlbehälters.

10

Beispiel 4

15

[0048] In Fig. 3 ist der Aufbau einer Stab-Schwingmühle dargestellt. Die Innenauskleidung der Behälterwand (1) besteht aus horizontal angeordneten halbzyklindrischen Ringen (5), die vertikal zur Längsachse der Mahlstäbe (6) orientiert sind. Zwischen Mahlstäben und Innenauskleidung werden auch hier beim Mahlprozess nur punktförmige Stöße realisiert. Die Stab-Schwingmühle erlaubt einen kontinuierlichen Durchsatz von Mahlgut.

20

Bezugszeichenliste

- 1 Behälterwand
- 2 Kugeln der Innenauskleidung
- 25 3 spiralförmig ausgeführter Draht
- 4 Lochblecheinsatz
- 5 horizontal angeordnete halbzyklindrische Ringe der Innenauskleidung
- 6 Mahlstäbe
- h Ganghöhe

30

Patentansprüche

1. Verbundpulver, bestehend aus Agglomeraten, die Raumbereiche mit einem duktilen Material und Raumbereiche mit einem weiteren Material umfassen, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Größe der Agglomerate 0,1–200 µm beträgt und der gemittelte kürzeste Abstand zwischen Punkten ein und desselben Raumbereichs und dessen Raumbereichsgrenze mindestens um den Faktor 20 kleiner ist als die Größe des Agglomerats.
2. Verbundpulver nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Größe der Agglomerate kleiner als 10 µm und der gemittelte kürzeste Abstand zwischen Punkten ein und desselben Raumbereichs und dessen Raumbereichsgrenze kleiner als 0,1 µm ist.
3. Verbundpulver nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Raumbereiche lamellenförmig ausgebildet sind.
4. Verfahren zur Herstellung von Verbundpulvern insbesondere Verbundpulvern nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, bei dem das Ausgangsmaterial einem Hochenergiemahlprozess unterworfen wird, dadurch gekennzeichnet, dass während des Mahlprozesses die mechanische Behandlung des Mahlguts mittels Hertzscher Pressung erfolgt.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Ausgangsmaterial mindestens ein duktiles Metall und/oder eine duktile Legierung und/oder eine harte keramische Phase umfasst.
6. Verfahren nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, dass das eingesetzte Ausgangsmaterial aus mindestens zwei Komponenten besteht, die ausgewählt werden aus der Gruppe metallischer Elemente bestehend aus Al, Si, Sn, Pb, Cu, Ag, Au, Ti, Zr, V, Mn, Fe, Ni, Mo und Be, und/oder aus Legierungen dieser Elemente, und/oder der Gruppe nichtmetallischer Elemente bestehend aus Kohlenstoff, Bor und Schwefel und/oder der Gruppe der harten keramischen Phasen bestehend aus Metalloxiden, Metallkarbiden, Metallboriden und Metallnitriden.
7. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass dem Ausgangsmaterial eine vorgebildete Verstärkungskomponente zugesetzt wird.
8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 4 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass dem Ausgangsmaterial ein Mahlhilfsmittel zugesetzt wird.
9. Vorrichtung zur Herstellung eines Metallpulvers oder eines Verbundpulvers insbesondere eines Verbundpulvers nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3 bestehend aus einer Mühle mit frei beweglichen Mahlkörpern, gekennzeichnet durch einen Mahlbehälter (1) mit einer Innenauskleidung, die zumindest teilweise aus konvex gekrümmten Bereichen besteht.
10. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Innenauskleidung aus mehreren Körpern besteht, die beweglich angeordnet sind.
11. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass die beweglichen Körper der Innenauskleidung rotationssymmetrisch sind und auf einer vorzugsweise spiralförmigen Vorrichtung aufgefädelt sind oder mittels einer Lochmaske an der Behälterwandung fixiert werden.
12. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass die rotationssymmetrischen Körper der Innenauskleidung Kugeln sind.
13. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 9 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Innenausklei-

65

ung im Mahlbehälter austauschbar angeordnet ist.

14. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 9 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass als frei bewegliche Mahlkörper Kugeln und/oder Mahlstäbe vorgesehen sind.

15. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 9 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass bei kugelförmigen Mahl- und Innenauskleidungskörpern das Radienverhältnis von Mahlkörpern zu Auskleidungskörpern etwa 0,9 bis 1,2 beträgt. 5

16. Verwendung des Verbundpulvers nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3 zur Herstellung von Bauteilen oder Werkstoffen in einem Sinterprozess.

17. Verwendung des Verbundpulvers nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3 zur Herstellung von Schichten oder Bauteilen mittels thermischen Spritzens. 10

18. Verfahren zur Herstellung von Bauteilen oder Werkstoffen aus dem Verbundpulver nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur des Sinterprozesses um mehr als 10% niedriger als die Schmelztemperatur des hergestellten Bauteils oder Werkstoffes ist.

19. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur des Sinterprozesses 70-80% der Schmelztemperatur des hergestellten Bauteils oder Werkstoffes beträgt. 15

20. Verfahren nach Anspruch 18 oder 19, dadurch gekennzeichnet, dass ein nach dem Sintern eine Wärmebehandlung durchgeführt wird.

21. Bauteil oder Werkstoff, das/der mit dem Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 18 bis 20 hergestellt wurde, dadurch gekennzeichnet, dass die erhaltenen Gefüge der Bauteile oder Werkstoffe feinkristallin sind mit einer Größe von 0,5 bis 250 µm und vorzugsweise eine geschlossene Porosität aufweisen. 20

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

25

30

35

40

45

50

55

60

65

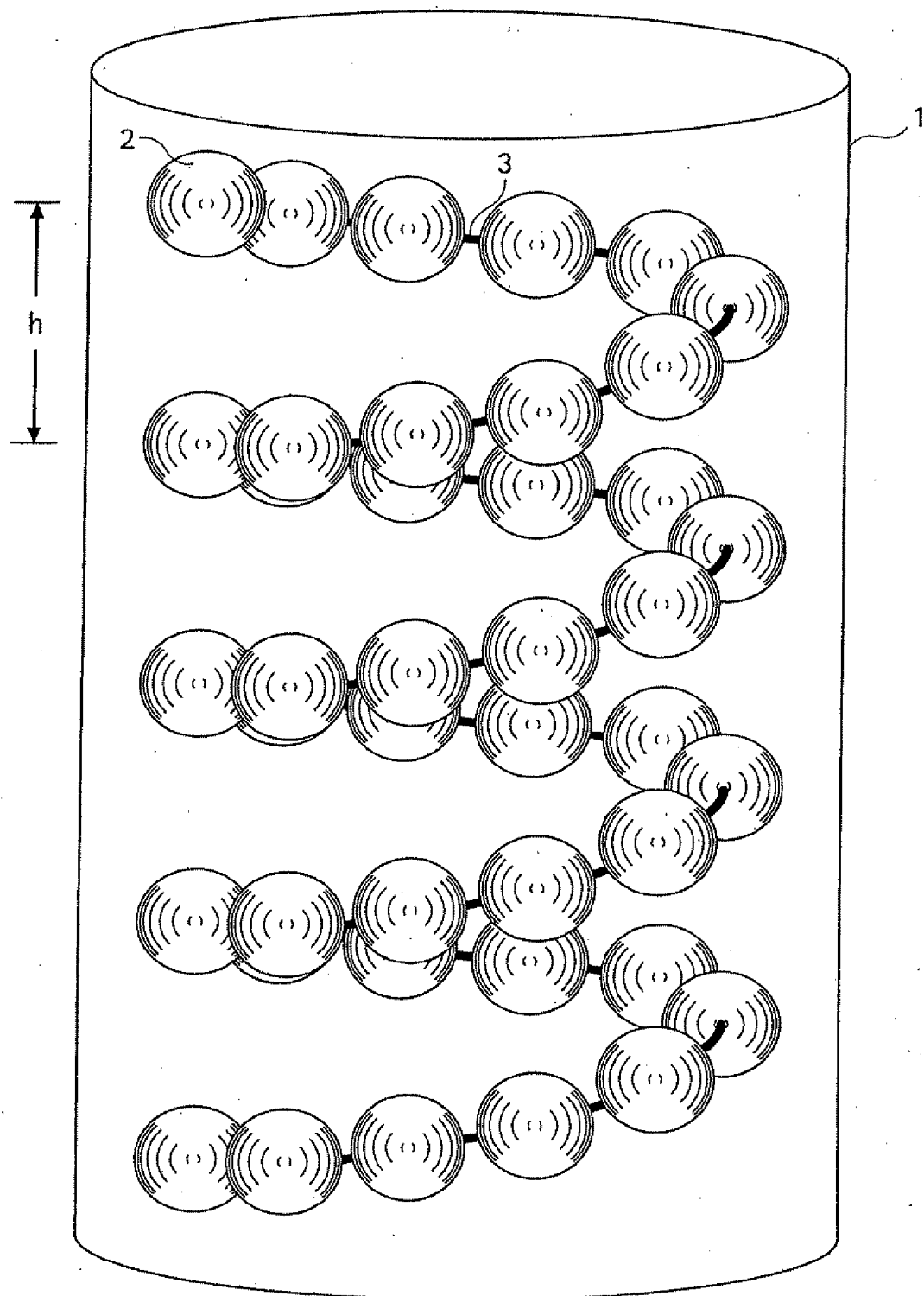


Fig. 1

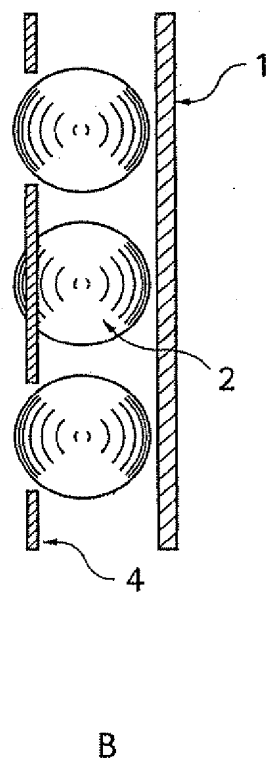
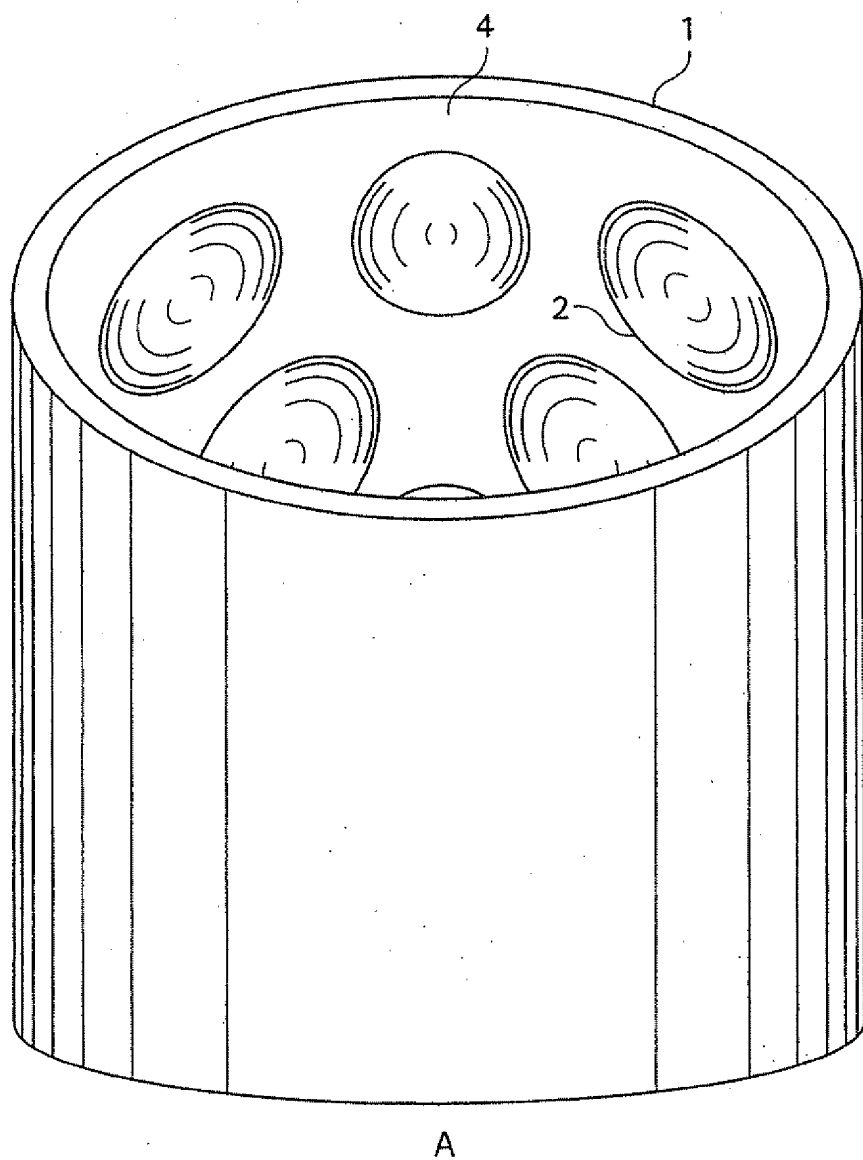


Fig. 2

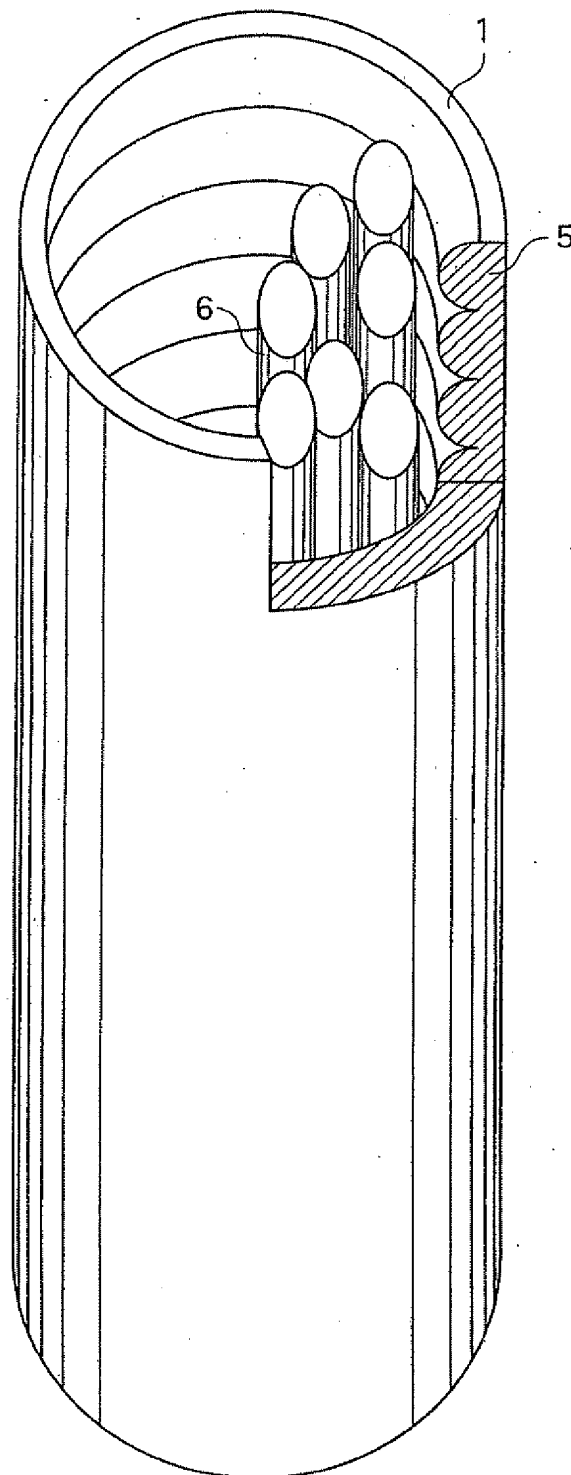


Fig. 3